

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-241645

(43) 公開日 平成9年(1997)9月16日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 K 19/46			C 0 9 K 19/46	
G 0 2 F 1/13	5 0 0		G 0 2 F 1/13	5 0 0
// C 0 9 K 19/30			C 0 9 K 19/30	

審査請求 未請求 請求項の数 8 F D (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願平8-84644	(71) 出願人	000002071 チッソ株式会社 大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号
(22) 出願日	平成8年(1996)3月12日	(72) 発明者	富 嘉剛 千葉県市原市辰巳台東2丁目17番地
		(72) 発明者	村城 勝之 千葉県市原市五井東1丁目11番4号
		(72) 発明者	竹下 房幸 千葉県君津市中富939番地5号
		(72) 発明者	松下 哲也 千葉県袖ヶ浦市長浦駅前6丁目10番11号
		(74) 代理人	弁理士 野中 克彦

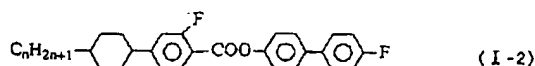
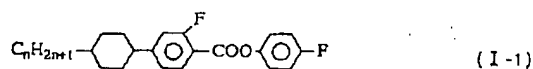
(54) 【発明の名称】 液晶組成物および液晶表示素子

## (57) 【要約】

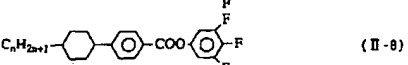
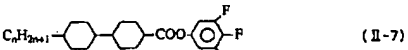
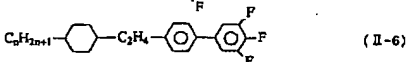
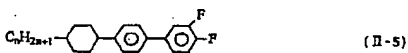
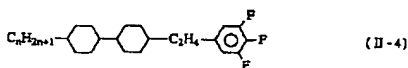
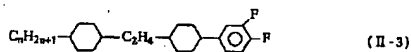
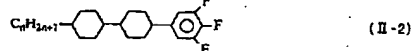
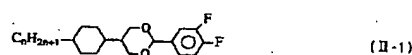
【課題】 AM-LCD用液晶組成物に求められる種々の特性を満たしつつ、しきい値電圧が低く、低温相溶性に優れたネマチック液晶相の範囲が広い液晶組成物を提供。

【解決手段】 第1成分として、一般式 (I-1) および/または一般式 (I-2) で表される化合物を少なくとも1種以上含み、第2成分として、一般式 (II-1) ~ (II-8) で表される少なくとも2式以上から選択される化合物を少なくとも1種以上含むことを特徴とする液晶組成物。

## 【化1】



## 【化2】



(式中、nは1~10の整数、式中の任意の(H)は(D)であってもよい。)

【効果】 上述の課題をほぼ解決できた。

1

2

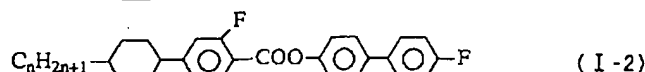
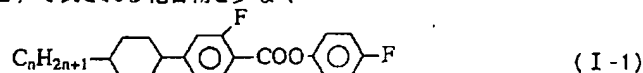
【特許請求の範囲】

\*とも1種若しくは2種以上含み、

【請求項1】 第1成分として、一般式(I-1)およ

【化1】

び/または一般式(I-2)で表される化合物を少なく\*

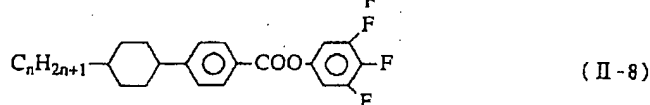
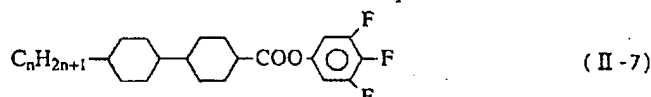
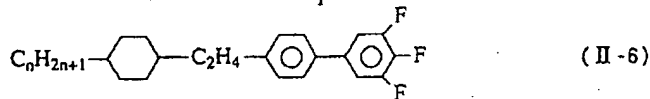
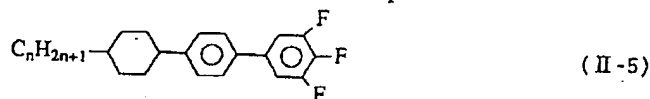
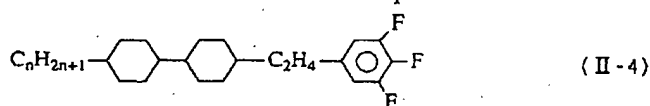
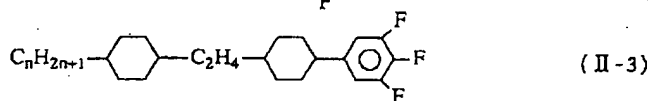
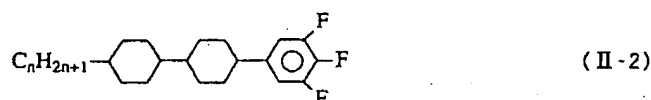
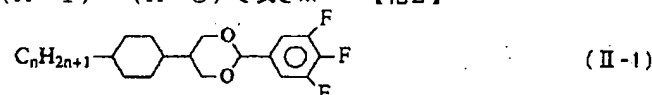


(式中、nは炭素数1~10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

※れる化合物群のうち、少なくとも2式以上の化合物群から選択される各々1種以上の化合物からなる液晶組成物。

第2成分として、一般式(II-1)~(II-8)で表さ※

【化2】

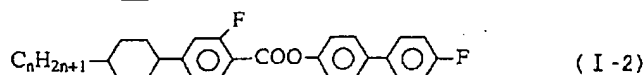
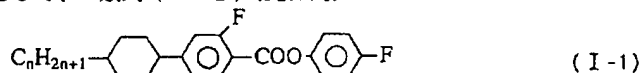


(式中、nは炭素数1~10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

★び/または一般式(I-2)で表される化合物を少なくとも1種若しくは2種以上含み、

【化3】

【請求項2】 第1成分として、一般式(I-1)およ★40



(式中、nは炭素数1~10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

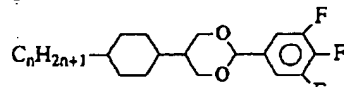
☆れる化合物群のうち、少なくとも2式以上の化合物群から選択される各々1種以上の化合物を含み、

【化4】

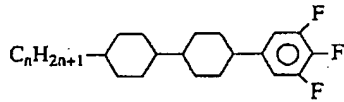
第2成分として、一般式(II-1)~(II-8)で表さ☆

3

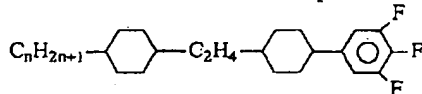
4



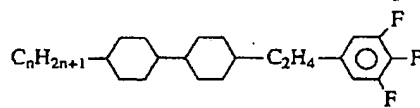
(II-1)



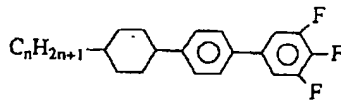
(II-2)



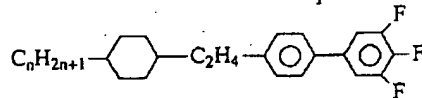
(II-3)



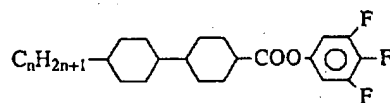
(II-4)



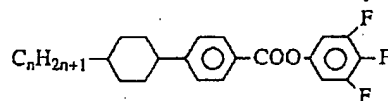
(II-5)



(II-6)



(II-7)

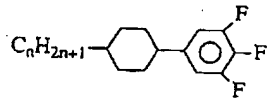


(II-8)

(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

\* および第3成分として、一般式(III)で表される化合物からなる液晶組成物。

\* 【化5】



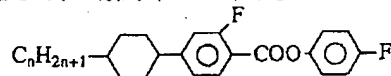
(III)

(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

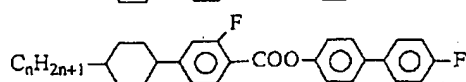
※び/または一般式(I-2)で表される化合物を少なくとも1種若しくは2種以上含み、

【化6】

【請求項3】 第1成分として、一般式(I-1)および



(I-1)



(I-2)

(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

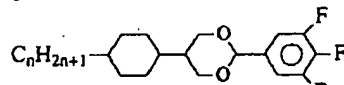
40★れる化合物群のうち、少なくとも2式以上の化合物群から選択される各々1種以上の化合物を含み、

【化7】

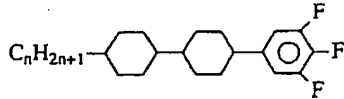
第2成分として、一般式(II-1)～(II-8)で表さ★

5

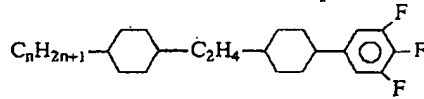
6



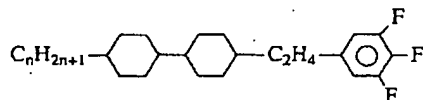
(II-1)



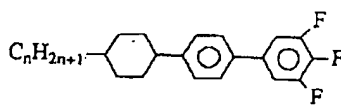
(II-2)



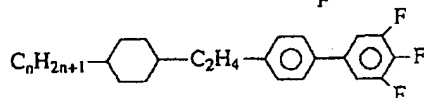
(II-3)



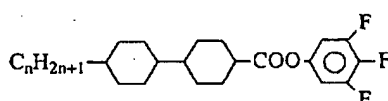
(II-4)



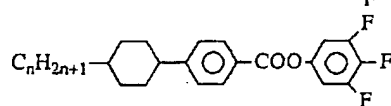
(II-5)



(II-6)



(II-7)



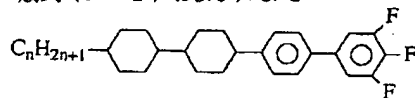
(II-8)

(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

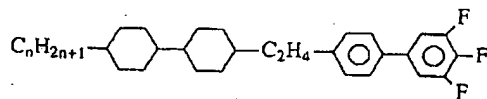
\*は一般式(IV-2)で表される化合物からなる液晶組成物。

【化8】

および第3成分として、一般式(IV-1)および/また\*



(IV-1)



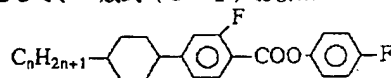
(IV-2)

(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

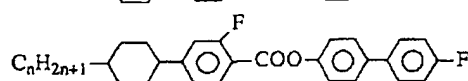
※び/または一般式(I-2)で表される化合物を少なくとも1種若しくは2種以上含み、

【化9】

【請求項4】 第1成分として、一般式(I-1)および/また\*



(I-1)



(I-2)

(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

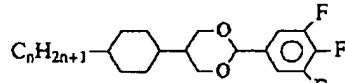
★れる化合物群のうち、少なくとも2式以上の化合物群から選択される各々1種以上の化合物を含み、

【化10】

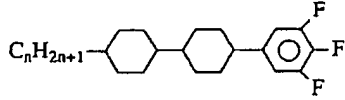
第2成分として、一般式(II-1)～(II-8)で表さ★

7

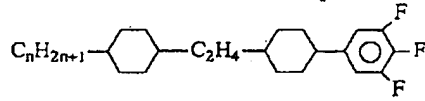
8



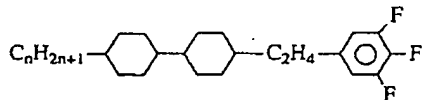
(II-1)



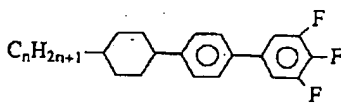
(II-2)



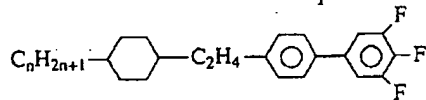
(II-3)



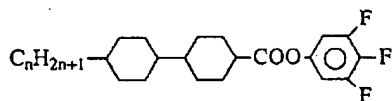
(II-4)



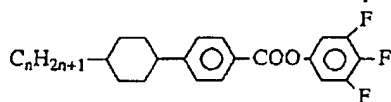
(II-5)



(II-6)



(II-7)

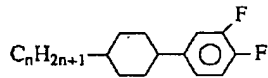


(II-8)

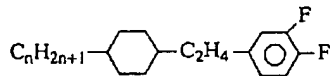
(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

\* および第3成分として、一般式(V-1)～(V-6)で表される化合物からなる液晶組成物。

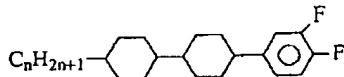
\* 【化11】



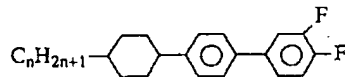
(V-1)



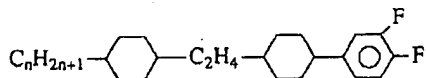
(V-2)



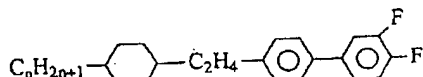
(V-3)



(V-4)



(V-5)



(V-6)

(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

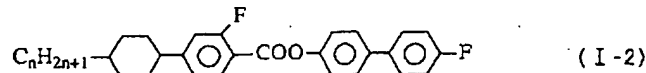
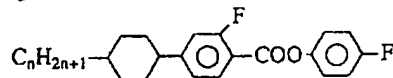
※び/または一般式(I-2)で表される化合物を少なくとも1種若しくは2種以上含み、

【化12】

【請求項5】 第1成分として、一般式(I-1)および※

9

10

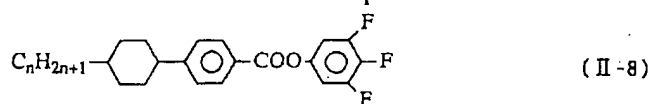
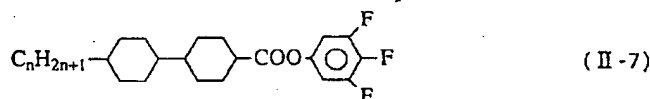
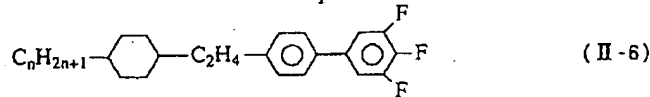
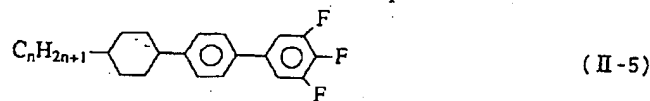
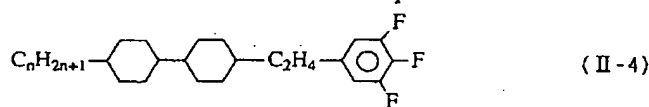
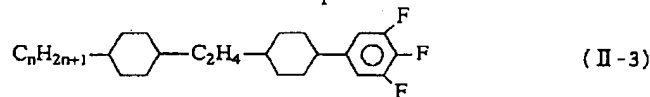
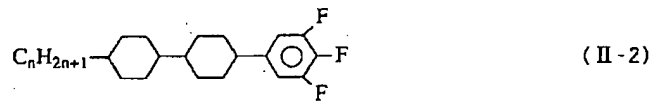
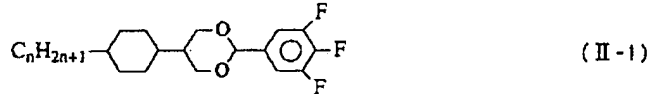


(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

\*れる化合物群のうち、少なくとも2式以上の化合物群から選択される各々1種以上の化合物を含み、

【化13】

第2成分として、一般式(II-1)～(II-8)で表さ\*

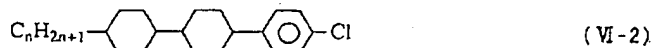


(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

※は一般式(VI-2)で表される化合物からなる液晶組成物。

【化14】

および第3成分として、一般式(VI-1)および/また※



(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

★60～97重量%であることを特徴とする請求項第1項ないし第5項のいずれかに記載の液晶組成物。

【請求項6】 第1成分と第2成分の合計重量に対して、一般式(I-1)および/または一般式(I-2)で表されるいずれか以上の化合物の混合割合の合計が3～40重量%であり、一般式(II-1)～(II-8)で表されるいずれか以上の化合物の混合割合の合計が★50

【請求項7】 一般式(II-1)～(II-8)で表される化合物のそれぞれの混合割合の上限が液晶組成物の全重量に対して、各々40重量%、30重量%、50重量%、40重量%、60重量%、40重量%、30重量%、25重量%であることを特徴とする請求項第6項記載の液晶組成物。

【請求項8】 請求項第1〜7項のいずれかに記載の液晶組成物を用いた液晶表示素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、透明電極を有する2枚の基板で形成される密閉セル中に設けられた、少なくとも1種のカイラル添加物を含むネマチック液晶組成物およびその液晶組成物を用いた液晶表示素子に関する。さらに詳しくはアクティブマトリックス液晶表示素子用の液晶組成物およびその組成物を用いた液晶表示素子に関する。

【0002】

【従来の技術】液晶表示素子(LCD)は、CRT(ブラウン管方式ディスプレイ)に比べて、低消費電力、小型化、軽量化が可能であるために、ツイストネマチック(TN)方式、スーパーツイストネマチック(STN)方式、薄膜トランジスター(TFT)方式等の種々のLCDが実用化されてきた。その中で薄膜トランジスター(TFT)等のアクティブマトリックスLCD(AM-LCD)はカラー化、高精細化が進みフラットディスプレイの本命として注目をあびている。このAM-LCD用液晶組成物に求められている特性として、

1) LCDの高コントラストを維持するために、電圧保持率(V. H. R.)が高いこと。

2) 使用環境に応じて、ネマチック液晶相の範囲が広いこと。

3) LCDのセル厚に応じて、適度な屈折率異方性( $\Delta n$ )を取り得ること。

4) LCDの駆動回路に応じて、適度なしきい値電圧を取り得ること。を挙げることができる。

AM-LCDの動作方式としては上下基盤における液晶分子の配向を90°にツイストさせたTN表示方式を採用している。このTN表示方式においては、電圧を印加しない時の液晶セルの干渉による着色を防ぎ、最適なコントラストを得る為に、屈折率異方性( $\Delta n$ )とセル厚(d)  $\mu\text{m}$ の積 $\Delta n \cdot d$ をある一定の値(例えば $\Delta n \cdot d \sim 0.5 \mu\text{m}$ 等)に設定する必要がある。このような制限のもとで現在実用化されているTFT用液晶組成物の $\Delta n$ は1st. Min. 系で0.07〜0.11程度、とりわけ0.08〜0.10が主体となっている。

【0003】また、近年、小型軽量のために携帯できることを特徴としたノート型パーソナルコンピューター等が開発され、LCDの用途が広がってきた。携帯用を目的としたLCDは、駆動電源によって特性の制約を受ける。長時間使用するためには消費電力を少なくする必要がある。しきい値電圧の小さい液晶組成物が要求されるようになった。また、さらに駆動電源を軽量化、低コスト化するためにも、しきい値電圧の小さい液晶が要求されるようになった。また、LCDの携帯化に伴っ

て、LCDを屋外で使用することも検討されるようになってきた。LCDが屋外での使用に耐え得るためには、LCDに用いられる液晶組成物が、使用環境の温度範囲を超えた領域にわたってネマチック液晶相を示す必要がある。このような観点から現在実用化されているTFT用液晶組成物は、ネマチック液晶相の上限温度を表すネマチックーアイソトロピック相転移温度(透明点: $T_{NI}$ )が60℃以上、ネマチック液晶相の下限温度を表す結晶ーネマチック相転移温度( $T_c$ )が-20℃以下であることが主体である。

【0004】このような背景に伴って、特開昭62-63546号公報に、ネマチック液晶相が広く、且つ誘電率異方性( $\Delta \epsilon$ )が比較的大きいエステル化合物が開示されている。例えば、実施例28に示されたエステル化合物15重量%と末端にシアノ基を有する化合物85重量%との組成物は、電圧保持率(V. H. R.)が低いために、AM-LCDに用いる液晶組成物としては実用性に欠けている。特開平2-233626号公報には、誘電率異方性( $\Delta \epsilon$ )の比較的大きいトリフルオロ化合物が開示されている。例えば、応用例2に示されたトリフルオロ化合物15重量%とジフルオロ化合物85重量%との組成物は、しきい値電圧が高く、また、特に低温における相溶性が悪く、ネマチック液晶相の範囲が狭いために実用性に欠けているという欠点を有している。W09403558号公報には、トリフルオロ化合物とジフルオロ化合物との組成物例が開示されている。しかしながら、実施例1および2で開示されている組成物は、透明点が50℃以下と低く、また $\Delta n$ が0.06以下であり実用性に欠けているし、また、実施例4以降で開示されている組成物はしきい値電圧が高いという欠点を有している。このように液晶組成物は種々の目的に応じて鋭意検討されてはいるものの、常に新規な改良を要求されているのが現状である。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは、これらの課題を解決すべく種々の液晶化合物を用いた組成物を鋭意検討した結果、本発明の液晶組成物をAM-LCDに使用する場合に、この目的を達成できることを見いだした。以上の記述から明らかなように、本発明の目的は、上記AM-LCD用液晶組成物に求められる種々の特性を満たしながら、特に、しきい値電圧が低く、且つ低温相溶性に優れたネマチック液晶相の範囲が広い液晶組成物を提供することにある。

【0006】

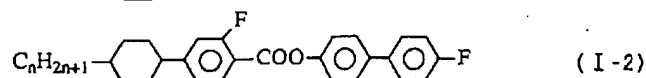
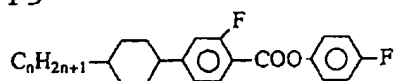
【課題を解決するための手段】

(1) 第1成分として、一般式(I-1)および/または一般式(I-2)で表される化合物を少なくとも1種若しくは2種以上含み、

【化15】

13

14

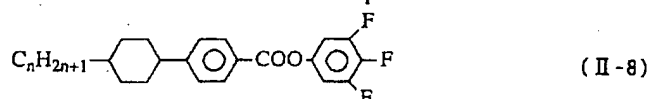
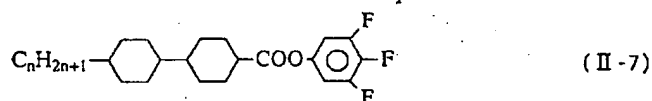
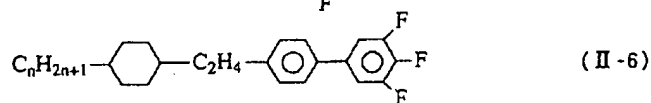
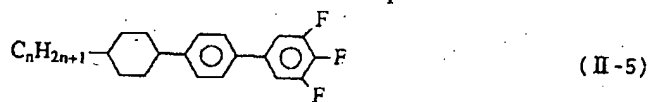
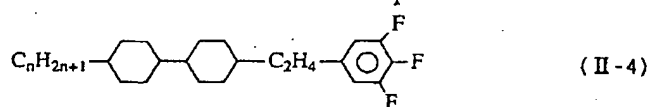
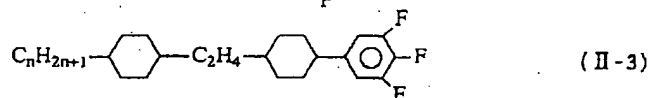
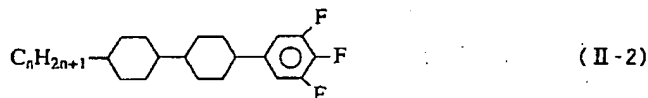
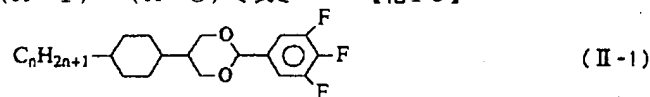


(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

第2成分として、一般式(II-1)～(II-8)で表さ\*

\*れる化合物群のうち、少なくとも2式以上の化合物群から選択される各々1種以上の化合物からなる液晶組成物。

【化16】

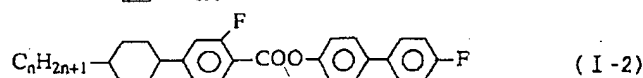
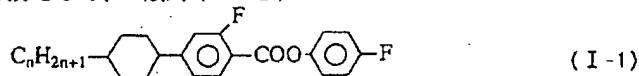


(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

※および/または一般式(I-2)で表される化合物を少なくとも1種若しくは2種以上含み、

【化17】

【0007】(2)第1成分として、一般式(I-1)※



(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

★れる化合物群のうち、少なくとも2式以上の化合物群から選択される各々1種以上の化合物を含み、

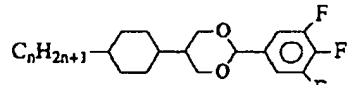
【化18】

第2成分として、一般式(II-1)～(II-8)で表さ★



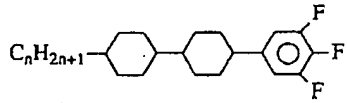
(9)

15

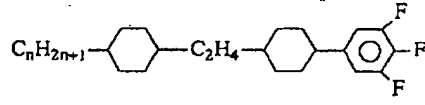


16

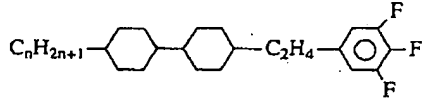
(II-1)



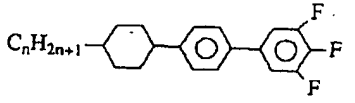
(II-2)



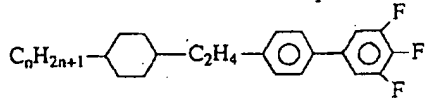
(II-3)



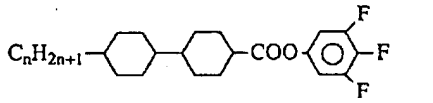
(II-4)



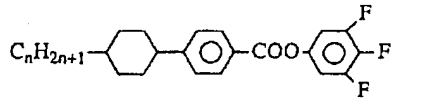
(II-5)



(II-6)



(II-7)

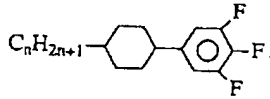


(II-8)

(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

\* および第3成分として、一般式(III)で表される化合物からなる液晶組成物。

\* 【化19】



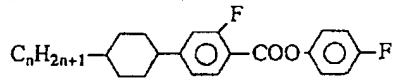
(III)

(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

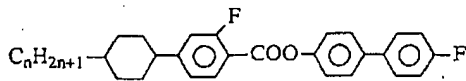
\* および/または一般式(I-2)で表される化合物を少なくとも1種若しくは2種以上含み、

【化20】

【0008】(3)第1成分として、一般式(I-1)\*



(I-1)



(I-2)

(式中、nは炭素数1～10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

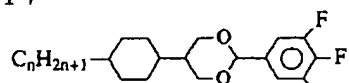
40★れる化合物群のうち、少なくとも2式以上の化合物群から選択される各々1種以上の化合物を含み、

【化21】

第2成分として、一般式(II-1)～(II-8)で表さ★

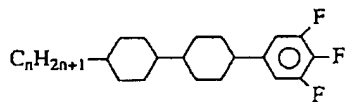
(10)

17

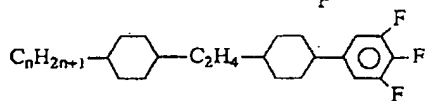


18

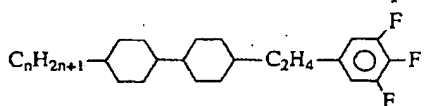
(II-1)



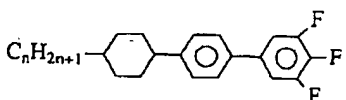
(II-2)



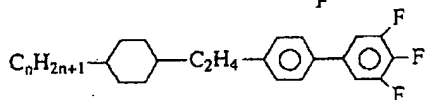
(II-3)



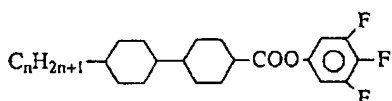
(II-4)



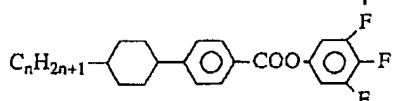
(II-5)



(II-6)



(II-7)



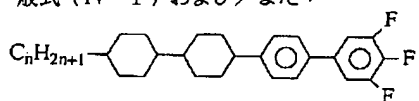
(II-8)

(式中、nは炭素数1~10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

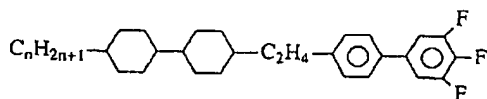
\*は一般式(IV-2)で表される化合物からなる液晶組成物。

【化22】

および第3成分として、一般式(IV-1)および/また\*



(IV-1)



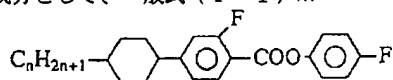
(IV-2)

(式中、nは炭素数1~10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

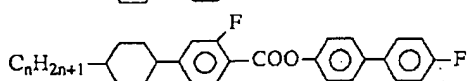
\*および/または一般式(I-2)で表される化合物を少なくとも1種若しくは2種以上含み、

【化23】

【0009】(4)第1成分として、一般式(I-1)\*



(I-1)



(I-2)

(式中、nは炭素数1~10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

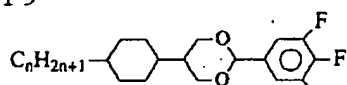
\*れる化合物群のうち、少なくとも2式以上の化合物群から選択される各々1種以上の化合物を含み、

【化24】

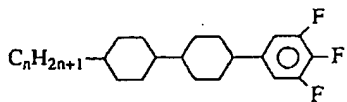
第2成分として、一般式(II-1)~(II-8)で表さ★

19

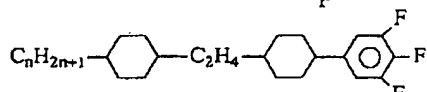
20



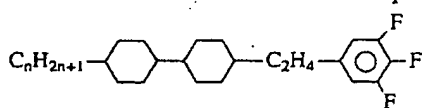
(II-1)



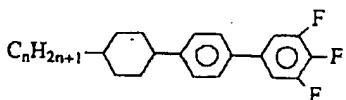
(II-2)



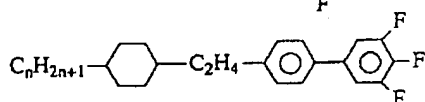
(II-3)



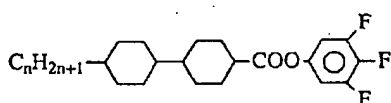
(II-4)



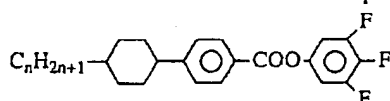
(II-5)



(II-6)



(II-7)

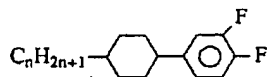


(II-8)

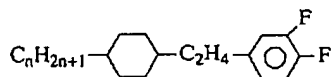
(式中、nは炭素数1~10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

\*および第3成分として、一般式(V-1)~(V-6)で表される化合物からなる液晶組成物。

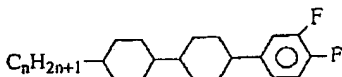
\* 【化25】



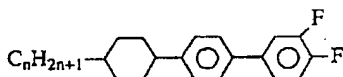
(V-1)



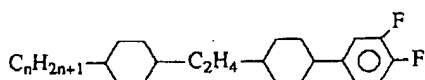
(V-2)



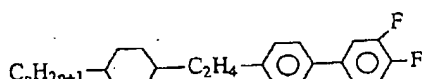
(V-3)



(V-4)



(V-5)



(V-6)

(式中、nは炭素数1~10の整数を示す。また、式中の任意の水素原子(H)は重水素原子(D)であってもよい。)

\*および/または一般式(I-2)で表される化合物を少なくとも1種若しくは2種以上含み、

【化26】

【0010】(5)第1成分として、一般式(I-1)\*

22



\* れる化合物群のうち、少なくとも2式以上の化合物群から選択される各々1種以上の化合物を含み、

【化27】

【化27】



※は一般式(VI-2)で表される化合物からなる液晶組成物。

【化28】

【化28】



★計が60～97重量%であることを特徴とする前記

(1)ないし(5)のいずれかに記載の液晶組成物。

【0012】(7)一般式(II-1)～(II-8)で表される化合物のそれぞれの混合割合の上限が液晶組成物の全重量に対して、各々40重量%、30重量%、50重量%、40重量%、60重量%、40重量%、30重量%、25重量%であることを特徴とする前記(6)記載の液晶組成物。

0

【0013】(8)前記(1)～(7)のいずれかに記載の液晶組成物を用いてなる液晶表示素子。

【0014】以下、本発明を詳細に説明する。特開昭62-63546号公報で開示されている一般式(I-1)、(I-2)で表されるエステル化合物は、 $\Delta\epsilon$ が10～13と大きく、且つネマチック液晶相を示す温度範囲が90℃以上と広く、化学的安定性の高い液晶化合物である。一般式(I-1)および/または一般式(I-2)で表される化合物を使用した液晶組成物は、特に低しきい値電圧を有し、且つT<sub>NI</sub>が高く、T<sub>C</sub>が低いとい

10 いうことを達成するため有効である。特開平2-233626号公報で開示されている一般式(II-1)～(II-8)で表されるトリフルオロ化合物は、 $\Delta\epsilon$ が大きく、化学的安定性の高い液晶化合物であるため、一般式(I-1)および/または一般式(I-2)で表される化合物と、一般式(II-1)～(II-8)で表される少なくとも2式以上から選択される化合物を少なくとも1種以上用いることで、本発明が可能となる。一般式(I-1)および/または一般式(I-2)で表される化合物の混合割合が3～40重量%であり、さらに、一般式(I-1)および/または一般式(I-2)で表される化合物の混合割合が3～30重量%であることが特に好ましい。

【0015】一般式(I-1)および/または一般式(I-2)で表される化合物の混合割合が3重量%以下であると、しきい値電圧を効果的に小さくすることができないため好ましくない。また、一般式(I-1)および/または一般式(I-2)で表される化合物の混合割合が40重量%以上であると低温相用性が大幅に改善されないため好ましくない。一般式(II-1)～(II-8)で表される化合物の混合割合が60～97重量%であることが好ましい。さらに、一般式(II-1)～(II-8)で表される化合物の混合割合が70～97重量%であることが特に好ましい。一般式(II-1)～(II-8)で表される化合物の混合割合が60重量%以下であると、低温相溶性が大幅に改善されないために好ましくない。また、一般式(II-1)～(II-8)で表される化合物の混合割合が97重量%以上であると、しきい値電圧を効果的に小さくすることができないために好ましくない。一般式(II-1)～(II-8)で表される化合物の混合割合が液晶組成物の全重量に対して、各々40重量%以下、30重量%以下、50重量%以下、40重量%以下、60重量%以下、40重量%以下、30重量%以下、25重量%以下が好ましく、この混合割合を超えると、低温相溶性が悪くなることが好ましくない。さらに、低温相溶性を特に改善するためには、一般式(II-1)～(II-8)で表される化合物の混合割合が液晶組成物の全重量に対して、各々30重量%以下、20重量%以下、20重量%以下、15重量%以下、30重量%以下、15重量%以下、20重量%以下、15

重量%以下であることが特に好ましい。

【0016】本発明に係る一般式(III)の化合物は、2環のトリフルオロ化合物である。この化合物は、さらにしきい値電圧を下げる役割を持つが、2環化合物であるために多量に使用すると液晶組成物の透明点を下げってしまう。一般式(III)の化合物の使用量は30重量%以下が好ましく、20重量%以下が特に好ましい。本発明に係る一般式(IV-1)、(IV-2)の化合物は、4環のトリフルオロ化合物である。これらの化合物は液晶組成物の透明点を上げる役割を持つが、4環化合物であるために多量に使用すると液晶組成物のしきい値電圧が大きくなる場合もあり、また、低温相溶性が悪くなることもある。一般式(IV-1)、(IV-2)の化合物の使用量は20重量%以下が好ましく、15重量%以下が特に好ましい。本発明に係る一般式(V-1)～(V-6)は、2環または3環のジフルオロ化合物である。この化合物は、粘度を下げる役割を持つが、ジフルオロ化合物であるために多量に使用すると液晶組成物のしきい値電圧が高くなってしま

20 う。一般式(V-1)～(V-6)の化合物の使用量は40重量%以下が好ましく、30重量%以下が特に好ましい。本発明に係る一般式(VI-1)、(VI-2)の化合物は、2環または3環のモノクロル化合物である。この化合物は、 $\Delta n$ を大きくする役割を持つが、モノクロル化合物であるために多量に使用すると液晶組成物のしきい値電圧が高くなってしま

【0017】本発明に従い使用される液晶組成物は、それ自体慣用な方法で調整される。一般には、種々の成分を高い温度で互いに溶解させる方法がとられている。また、本発明の液晶材料は、適当な添加物によって意図する用途に応じた改良がなされ、最適化される。このような添加物は当業者によく知られており、文献等に詳細に記載されている。通常、液晶のらせん構造を誘起して必要なねじれ角を調整し、逆ねじれ(reversetwist)を防ぐためキラルドーパ材(chiral dopant)などを添加する。

【0018】また、本発明に従い使用される液晶組成物は、メロシアニン系、スチリル系、アゾ系、アゾメチン系、アゾキシ系、キノフタロン系、アントラキノ系およびテトラジン系等の二色性色素を添加してゲストホスト(GH)モード用の液晶組成物としても使用できる。あるいは、ネマチック液晶をマイクロカプセル化して作製したNCAPや液晶中に三次元網目状高分子を作製したポリマーネットワーク液晶表示素子(PNLC)に代表されるポリマー分散型液晶表示素子(PDLC)用の液晶組成物としても使用できる。その他、複屈折制御(ECB)モードや動的散乱(DS)モード用の液晶組成物としても使用できる。

【0019】

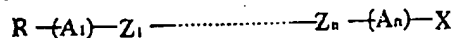
【実施例】以下、実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。また、比較例、実施例の組成比は全て重量%で示される。電圧保持率の測定値を記載しているが、この測定はWO9403558号公報に記載されている方法（面\*










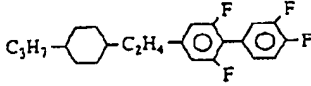
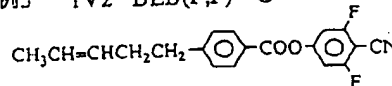
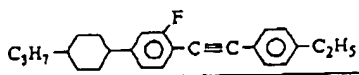
\*積法）に基づいて実施した。また、T<sub>c</sub> 点は、0℃、-10℃、-20℃、-30℃の各々のフリーザー中に30日間放置した後の液晶相で判断した。実施例中の化合物の表記方法は、表1に従った。

【0020】

【表1】

記号を用いた化合物の表記方法



1) 左末端基 R-	記号	3) 結合基 -Z <sub>1</sub> -, -Z <sub>n</sub> -	記号
C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub> -	n-	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	2
C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub> O-	nO-	-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> -	4
C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub> OC <sub>m</sub> H <sub>2m</sub> -	nOm-	-COO-	E
CH <sub>2</sub> =CH-	V-	-C≡C-	T
CH <sub>2</sub> -CHC <sub>n</sub> H <sub>2n</sub> -	Vn-	-CH=CH-	V
C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub> CH=CHC <sub>m</sub> H <sub>2m</sub> -	nVm-	-CF <sub>2</sub> O-	CF2O
C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub> CH=CHC <sub>m</sub> H <sub>2m</sub> CH=CHC <sub>k</sub> H <sub>2k</sub> -	nVmVk-	-OCF <sub>2</sub> -	OCF2
2) 環構造 -(A <sub>1</sub> )-, -(A <sub>n</sub> )-	記号	4) 右末端基 -X	記号
	B	-F	-F
	B(F)	-Cl	-Cl
	B(F,F)	-CN	-C
		-CF <sub>3</sub>	-CF <sub>3</sub>
		-OCF <sub>3</sub>	-OCF <sub>3</sub>
	H	-OCF <sub>2</sub> H	-OCF <sub>2</sub> H
	Py	-C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	-n
	D	-OC <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	-On
	Ch	-COOCH <sub>3</sub>	-EMe
		-C <sub>n</sub> H <sub>2n</sub> CH=CH <sub>2</sub>	-nV
		-C <sub>m</sub> H <sub>2m</sub> CH=CHC <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	-mVn
5) 表記例			
例1 3-H2B(F,F)B(F)-F	例3 1V2-BEB(F,F)-C		
			
例2 3-HB(F)TB-2			
			

【0021】比較例1

特開昭62-63546号公報の実施例28で開示されている、以下の組成物を調製した。

2-HB(F)EB-F 15.0%

3-HB-C 25.5%

5-HB-C 34.0%

※7-HB-C

25.5%

この液晶組成物の透明点T<sub>NI</sub>は52.1(℃)、結晶-ネマチック相転移点T<sub>c</sub>は20℃以下、20℃における粘度η<sub>20</sub>は23.4(mPa·s)、25℃における屈折率異方性Δnは0.128、25℃におけるしきい値電圧V<sub>th</sub>は1.19(V)、25℃における電圧保持

※50

27

率V. H. R. は85.8%であった。この液晶組成物は、電圧保持率(V. H. R.)が低く、AM-LCDに用いるには不適切である。

## 【0022】比較例2

特開平2-233626号公報の応用例2で開示されている、以下の組成物を調整した。

3-HHB (F, F) - F	15.0%
2-HHB (F) - F	28.4%
3-HHB (F) - F	28.3%
5-HHB (F) - F	28.3%

この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は110.7(°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は0°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は25.0(mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性 $\Delta n$ は0.077、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.97(V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.8%であった。この液晶組成物は、しきい値電圧が高く、また、低温相溶性が良くなかった( $T_c$ が高い)。

## 【0023】比較例3

WO9403558号公報の実施例1で開示されている、以下の組成物を調整した。

7-HB (F, F) - F	10.0%
2-HHB (F, F) - F	25.0%
3-HHB (F, F) - F	35.0%
5-HHB (F, F) - F	18.0%
7-HB (F) - F	12.0%

この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は42.9(°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は0°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は22.2(mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性 $\Delta n$ は0.059、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.07(V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.7%であった。この液晶組成物は、しきい値電圧は低い、透明点が小さく、また低温相溶性が良くなかった。また、 $\Delta n$ が小さく実用性に欠けていた。

## 【0024】比較例4

WO9403558号公報の実施例2で開示されている、以下の組成物を調整した。

2-HHB (F, F) - F	26.0%
3-HHB (F, F) - F	26.0%
5-HHB (F, F) - F	26.0%
7-HB (F) - F	12.0%
5-H2B (F) - F	10.0%

この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は46.0(°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は0°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は21.6(mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性 $\Delta n$ は0.058、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.17(V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.5%であった。この液晶組成物は、しきい値電圧は低い、透明点が低く、また、低温

28

相溶性が良くなかった。また、 $\Delta n$ が小さく実用性に欠けていた。

## 【0025】比較例5

WO9403558号公報の実施例4で開示されている、以下の組成物を調整した。

2-HHB (F, F) - F	10.0%
3-HHB (F, F) - F	10.0%
5-HHB (F, F) - F	10.0%
5-H2B (F) - F	10.0%
5-HEB - F	7.5%
7-HEB - F	7.5%
2-HHB (F) - F	11.7%
3-HHB (F) - F	11.7%
5-HHB (F) - F	11.6%
3-HHB - F	5.0%
5-HHEB - F	2.5%
7-HHEB - F	2.5%

この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は71.3(°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は-20°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は19.2(mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性 $\Delta n$ は0.070、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.77(V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.2%であった。この液晶組成物は、透明点が約70°Cと高い、しきい値電圧が高かった。

## 【0026】比較例6

一般式(II-1)~(II-7)表される化合物群から選択した例として以下の組成物を調整した。

3-HHB (F, F) - F	25.0%
5-HHB (F, F) - F	15.0%
3-HBB (F, F) - F	20.0%
5-HBB (F, F) - F	40.0%

この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は64.2(°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は0°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は28.3(mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性 $\Delta n$ は0.103、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.02(V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.4%であった。この液晶組成物は、しきい値電圧が低い、低温相溶性が悪く、実用性に欠けていた。

## 【0027】実施例1

3-HB (F) EBB - F	3.0%
5-HB (F) EBB - F	3.0%
2-HDB (F, F) - F	8.0%
3-HDB (F, F) - F	8.0%
4-HDB (F, F) - F	7.0%
5-HDB (F, F) - F	7.0%
3-H2HB (F, F) - F	11.0%
3-HHB (F, F) - F	10.0%
3-HH2B (F, F) - F	6.0%

29

3-HBB (F, F) -F	10.0%
3-HHEB (F, F) -F	10.0%
4-HHEB (F, F) -F	3.0%
5-HHEB (F, F) -F	3.0%
2-HBEB (F, F) -F	3.0%
3-HBEB (F, F) -F	5.0%
5-HBEB (F, F) -F	3.0%

からなる液晶組成物を調整した。この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は81.5 (°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は-20°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は40.1 (mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性は $\Delta n = 0.090$ 、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.12 (V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.6%であった。この液晶組成物は、低温相溶性に優れ、ネマチック液晶相の範囲が広く、しきい値電圧が低く、実用性に富んでいる。

## 【0028】実施例2

2-HB (F) EBB-F	4.0%
3-HB (F) EBB-F	4.0%
5-HB (F) EBB-F	4.0%
5-HB (F) EB-F	4.0%
2-HDB (F, F) -F	8.0%
3-HDB (F, F) -F	8.0%
4-HDB (F, F) -F	7.0%
5-HDB (F, F) -F	7.0%
3-HHB (F, F) -F	10.0%
4-HHB (F, F) -F	6.0%
3-HHEB (F, F) -F	10.0%
2-HBEB (F, F) -F	3.0%
3-HBEB (F, F) -F	5.0%
5-HBEB (F, F) -F	3.0%
7-HB (F, F) -F	17.0%

からなる液晶組成物を調整した。この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は70.0 (°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は-20°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は37.8 (mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性 $\Delta n$ は0.085、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.01 (V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.5%であった。この液晶組成物は、低温相溶性に優れ、ネマチック液晶相の範囲が広く、しきい値電圧が低く、実用性に富んでいる。

## 【0029】実施例3

3-HB (F) EB-F	3.0%
5-HB (F) EB-F	3.0%
2-HDB (F, F) -F	8.0%
3-HDB (F, F) -F	8.0%
4-HDB (F, F) -F	7.0%
5-HDB (F, F) -F	7.0%
3-HHB (F, F) -F	10.0%
4-HHB (F, F) -F	6.0%

30

3-HBB (F, F) -F	15.0%
3-HHEB (F, F) -F	10.0%
4-HHEB (F, F) -F	3.0%
5-HHEB (F, F) -F	3.0%
2-HBEB (F, F) -F	3.0%
3-HBEB (F, F) -F	5.0%
5-HBEB (F, F) -F	3.0%
3-HHBB (F, F) -F	3.0%
3-HH2BB (F, F) -F	3.0%

からなる液晶組成物を調整した。この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は79.4 (°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は-20°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は39.8 (mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性は $\Delta n = 0.097$ 、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.05 (V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.3%であった。この液晶組成物は、低温相溶性に優れ、ネマチック液晶相の範囲が広く、しきい値電圧が低く、実用性に富んでいた。

## 【0030】実施例4

2-HB (F) EBB-F	4.0%
3-HB (F) EBB-F	4.0%
5-HB (F) EBB-F	4.0%
2-HDB (F, F) -F	8.0%
3-HDB (F, F) -F	8.0%
4-HDB (F, F) -F	7.0%
5-HDB (F, F) -F	7.0%
3-HHB (F, F) -F	10.0%
4-HHB (F, F) -F	6.0%
3-H2BB (F, F) -F	4.0%
2-HBEB (F, F) -F	3.0%
3-HBEB (F, F) -F	5.0%
5-HBEB (F, F) -F	3.0%
7-HB (F) -F	6.0%
5-H2B (F) -F	5.0%
3-HHB (F) -F	4.0%
3-H2HB (F) -F	4.0%
3-H2BB (F) -F	4.0%
3-HBB (F) -F	4.0%

からなる液晶組成物を調整した。この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は74.5 (°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は-20°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は37.8 (mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性 $\Delta n$ は0.093、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.28 (V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.2%であった。この液晶組成物は、低温相溶性に優れ、ネマチック液晶相の範囲が広く、しきい値電圧が低く、実用性に富んでいた。

## 【0031】実施例5

2-HB (F) EBB-F	4.0%
3-HB (F) EBB-F	4.0%



31

5-HB (F) EBB-F	4.0%
2-HDB (F, F) -F	8.0%
3-HDB (F, F) -F	8.0%
4-HDB (F, F) -F	7.0%
5-HDB (F, F) -F	7.0%
3-HHB (F, F) -F	10.0%
4-HHB (F, F) -F	6.0%
3-HBB (F, F) -F	4.0%
3-HHEB (F, F) -F	10.0%
4-HHEB (F, F) -F	3.0%
5-HHEB (F, F) -F	3.0%
2-HBEB (F, F) -F	3.0%
3-HBEB (F, F) -F	5.0%
5-HBEB (F, F) -F	3.0%
5-HB-CL	11.0%

からなる液晶組成物を調整した。この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は82.7(°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は-20°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は41.0(mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性 $\Delta n$ は0.094、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.18(V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.3%であった。この液晶組成物は、低温相溶性に優れ、ネマチック液晶相の範囲が広く、しきい値電圧が低く、実用性に富んでいた。

## 【0032】実施例6

3-HB (F) EBB-F	3.0%
5-HB (F) EBB-F	3.0%
2-HDB (F, F) -F	8.0%
3-HDB (F, F) -F	8.0%
4-HDB (F, F) -F	7.0%
5-HDB (F, F) -F	7.0%
3-HHB (F, F) -F	10.0%
4-HHB (F, F) -F	6.0%
3-HHEB (F, F) -F	10.0%
4-HHEB (F, F) -F	3.0%
5-HHEB (F, F) -F	3.0%
2-HBEB (F, F) -F	3.0%
3-HBEB (F, F) -F	5.0%
5-HBEB (F, F) -F	3.0%
7-HB (F, F) -F	6.0%
3-HHBB (F, F) -F	6.0%
7-HB (F) -F	5.0%
5-HHB-CL	4.0%

からなる液晶組成物を調整した。この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は79.4(°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は-20°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は38.5(mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性 $\Delta n$ は0.085、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.09(V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.5%であった。この液晶組成物は、低温相溶性に優

32

れ、ネマチック液晶相の範囲が広く、しきい値電圧が低く、実用性に富んでいた。

## 【0033】実施例7

2-HB (F) EB-F	3.0%
3-HB (F) EB-F	3.0%
4-HB (F) EB-F	3.0%
5-HB (F) EB-F	3.0%
2-HB (F) EBB-F	3.0%
3-HB (F) EBB-F	3.0%
4-HB (F) EBB-F	3.0%
5-HB (F) EBB-F	3.0%
3-H2HB (F, F) -F	11.0%
3-HHB (F, F) -F	10.0%
3-HH2B (F, F) -F	6.0%
3-HBB (F, F) -F	10.0%
3-HHEB (F, F) -F	10.0%
4-HHEB (F, F) -F	3.0%
5-HHEB (F, F) -F	3.0%
2-HBEB (F, F) -F	3.0%
3-HBEB (F, F) -F	5.0%
5-HBEB (F, F) -F	3.0%
7-HB (F, F) -F	12.0%

からなる液晶組成物を調整した。この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は83.0(°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は-20°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は45.1(mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性 $\Delta n$ は0.102、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.29(V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.5%であった。この液晶組成物は、低温相溶性に優れ、ネマチック液晶相の範囲が広く、しきい値電圧が低く、実用性に富んでいた。

## 【0034】実施例8

3-HB (F) EBB-F	3.0%
5-HB (F) EBB-F	3.0%
2-HDB (F, F) -F	8.0%
3-HDB (F, F) -F	8.0%
4-HDB (F, F) -F	7.0%
5-HDB (F, F) -F	7.0%
3-H2HB (F, F) -F	5.0%
3-HHB (F, F) -F	10.0%
3-HH2B (F, F) -F	6.0%
3-HBB (F, F) -F	10.0%
3-HHEB (F, F) -F	10.0%
4-HHEB (F, F) -F	3.0%
5-HHEB (F, F) -F	3.0%
2-HBEB (F, F) -F	3.0%
3-HBEB (F, F) -F	5.0%
5-HBEB (F, F) -F	3.0%
3-HB-O2	3.0%
3-HHB-O1	3.0%

## 33

からなる液晶組成物を調整した。この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は82.5(°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は-20°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は42.0(mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性 $\Delta n$ は0.091、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.20(V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.7%であった。この液晶組成物は、低温相溶性に優れ、ネマチック液晶相の範囲が広く、しきい値電圧が低く、実用性に富んでいた。

## 【0035】実施例9

2-HB(F)EBB-F	4.0%
3-HB(F)EBB-F	4.0%
5-HB(F)EBB-F	4.0%
5-HB(F)EB-F	4.0%
2-HDB(F, F)-F	8.0%
3-HDB(F, F)-F	8.0%
4-HDB(F, F)-F	7.0%
5-HDB(F, F)-F	7.0%
3-HHB(F, F)-F	4.0%
4-HHB(F, F)-F	6.0%
3-HHEB(F, F)-F	10.0%
2-HBEB(F, F)-F	3.0%

## 34

3-HBEB(F, F)-F	5.0%
5-HBEB(F, F)-F	3.0%
7-HB(F, F)-F	17.0%
101-HH-3 ✓	2.0%
3-HH-4 ✓	2.0%
3-HHB-1 ✓	2.0%

からなる液晶組成物を調整した。この液晶組成物の透明点 $T_{NI}$ は70.6(°C)、結晶-ネマチック相転移点 $T_c$ は-20°C以下、20°Cにおける粘度 $\eta_{20}$ は38.8(mPa·s)、25°Cにおける屈折率異方性 $\Delta n$ は0.084、25°Cにおけるしきい値電圧 $V_{th}$ は1.19(V)、25°Cにおける電圧保持率V. H. R. は98.5%であった。この液晶組成物は、低温相溶性に優れ、ネマチック液晶相の範囲が広く、しきい値電圧が低く、実用性に富んでいた。

## 【0036】

【発明の効果】比較例および実施例で示されたように本発明によって、AM-LCD用液晶組成物に求められる種々の特性を満たしながら、特に、しきい値電圧の低い、且つ低温相溶性に優れネマチック液晶相の範囲の広い液晶組成物を提供できる。

20